

REMARKS/ARGUMENTS

Claims 1, 7 and 10-23 are pending, claims 14-23 having been withdrawn from consideration. By this Amendment, claims 2-4 are cancelled without prejudice or disclaimer, and claims 1, 7, 10-14, 18, 19 and 21-23 are amended. Support for the amendments to claims 1, 7, 10-14, 18, 19 and 21-23 can be found, for example, in previously presented claims 1-4, 7, 10-14, 18, 19 and 21-23. No new matter is added. In view of the foregoing amendments and following remarks, reconsideration and allowance are respectfully requested.

Personal Interview

Applicants appreciate the courtesies extended to Applicants' representative by Examiner Palenik during the March 2, 2010 Personal Interview. Applicants' separate record of the substance of the interview is incorporated in the following remarks.

Withdrawn Claims

For the reasons set forth below, Applicants submit that all pending claims presently subject to examination are in condition for allowance. Because the withdrawn claims depend from, and thus recite all features of, allowable claim 1, rejoinder and allowance of the withdrawn claims are respectfully requested.

Denial of Priority Claim

The Office Action denies Applicants' priority claim to U.S. Provisional Patent Application No. 60/466,069 because the text of the provisional patent application differs from the text of the present application. *See* Office Action, page 3. Applicants submit that there is no requirement that the text of a U.S. non-provisional patent application and the text of a U.S. provisional patent application to which priority is claimed, be identical. Entitlement to

priority is determined on a claim-by-claim basis, depending on whether the claims of the U.S. non-provisional patent application are adequately supported by the disclosure of the U.S. provisional patent application. The denial of Applicants' priority claim is, thus, premature.

Rejection Under 35 U.S.C. §102

The Office Action rejects claims 1-4, 7 and 13 under 35 U.S.C. §102(b) over U.S. Patent Application Publication No. US 2002/0047058 to Verhoff et al. ("Verhoff"). By this Amendment, claims 2-4 are cancelled, rendering the rejection moot as to those claims. As to the remaining claims, Applicants respectfully traverse the rejection.

Claim 1 recites "[a] composition, comprising: a very low water-soluble drug; and a porous silicon material; wherein: the composition is produced by treating a mixture comprising the very low water-soluble drug and the porous silicon material with a supercritical or subcritical carbon dioxide fluid; the very low water-soluble drug has a solubility in water at 25 °C of less than 10 µg/mL prior to treatment; the porous silicon material comprises light anhydrous silicic acid, hydrated silicon dioxide, silicon dioxide, or calcium silicate ... the porous silicon material has an average pore diameter of 1 to 500 nm; and the porous silicon material has a specific surface area of 100 to 1,800 m<sup>2</sup>/g" (emphasis added). Verhoff does not disclose or suggest such a composition.

Claim 1 unequivocally requires that the composition include a porous silicon material. As discussed during the March 2, 2010 Personal Interview, Verhoff does not disclose or suggest a composition including a porous silica. Accordingly, Verhoff does not disclose or suggest each and every feature of claim 1.

Verhoff discloses a process for milling a solid substrate in which silica milling bodies may be used. See Verhoff, Abstract, paragraph [0108]. However, none of the silica milling bodies described in Verhoff are porous. Verhoff discloses:

Useful milling media bodies include silicon dioxide in various forms such as glass beads and colloidal silica. Colloidal silica can be obtained in a number of size ranges. For example, basic colloidal silica with an average particle size of 5 nm at 15% solids and containing 0.75%  $\text{Na}_2\text{O}$  is commercially available from Eka Nobel, Inc. of Augusta, Ga. under the trade designation "NYACOL 215." Basic colloidal silica with an average particle size of 5 nm at 15% solids and containing 0.75%  $\text{Na}_2\text{O}$  is commercially available from Nalco Products, Inc. of Naperville, Ill. under the trade designation "NALCO 1115." Basic colloidal silica with an average particle size of 5 nm at 15% solids and containing  $\text{NH}_3$  is commercially available from Nalco Products, Inc. under the trade designation "NALCO 2326." Basic colloidal silica with an average particle size of 5 nm at 30% solids and containing 0.65%  $\text{Na}_2\text{O}$  is commercially available from Nalco Products, Inc. under the trade designation "NALCO 1130." Acidic colloidal silica with an average particle size of 20 nm at 34% by weight solids is commercially available from Nalco Products, Inc. under the trade designation "NALCOAG 1034A." Acidic alumina-coated colloidal silica with an average particle size of 20 nm as 20%  $\text{SiO}_2$  and 4%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  is commercially available from Nalco Products, Inc. under the trade designation "NALCOAG 1SJ613." Colloidal silica with an average particle size of 50 nm at 50% by weight solids is commercially available from Nyacol Products, Inc. under the trade designation "NYACOL 5050." Colloidal silica with an average particle size of 99 nm at 50% by weight solids is commercially available from Nyacol Products, Inc. under the trade designation "NYACOL 9950."

See Verhoff, paragraph [0108]. As explained in Applicants' previous response, the products described in the above-quoted passage have been renamed. See, e.g., June 29, 2009

Amendment, page 10 and attachments. For example:

NYACOL 215 is now Bindzil 215;

NYACOL 5050 is no longer available;

NYACOL 9950 is now Bindzil 9950;

NALCO 1115 and NALCO 2326 are equivalent to Bindzil 215;

NALCO 1130 is equivalent to Bindzil 830;

NALCOAG 1034A is equivalent to Bindzil 2034DI; and

NALCOAG 1SJ613 is equivalent to Levasil 100S/30%.

Applicants have attached hereto Product Data Sheets (Reference 1) and Sales Specifications (Reference 2) for the existing products corresponding to the products described in the above-quoted passage of Verhoff. In addition, Applicants have attached hereto available Particle Size Data (Reference 3) for products corresponding to products identified in the above-quoted passage of Verhoff obtained from the manufacturer. Further, Applicants have prepared a Table (Reference 4) showing the correspondence between the products described in the above-quoted passage of Verhoff and the currently available products described in References 1 to 3.

What is apparent from all of the materials discussed above is that all of the silica materials described in Verhoff are colloidal silicas. As is well-understood by those of ordinary skill in the art, colloidal silicas are non-porous. *See, e.g.*, JP 2008-009348, page 8, lines 42-44 (Reference 5) ("Silica particles with pores have a lower refractive index of 1.20 to 1.45 as compared to general colloidal silica particles, which have no pores, having a refractive index of about 1.46") (copy attached hereto). Claim 1 clearly requires a porous silicon material. Accordingly, Verhoff fails to disclose each and every feature of claim 1.

Because Verhoff employs non-porous colloidal silica, even if an active substance was milled with the colloidal silica in the presence of a super- or sub-critical fluid of carbon dioxide, the silica would not be capable of carrying the active substance and a product having improved solubility would not be obtained. This is shown, for example, in the Declaration Under 37 C.F.R. §1.132 filed in the present application on June 29, 2009 ("Declaration") (copy attached). In the Declaration, two compositions were prepared and subjected to dissolution test in a manner similar to that in the Examples of the specification. One of the compositions included a porous silica not having the average pore diameter and specific surface area of claim 1 (Example 1) and the other composition included an non-porous silica (Example 2). *See* Declaration, page 2. As is evident from the results shown in the TABLE in

the Declaration and Table 1 in the specification, the composition including a porous silica having the characteristics required by claim 1 yielded a composition having far superior solubility. *See* Declaration, TABLE; present specification, Table 1. For reference, Applicants the following table, which shows the specific surface area of the silicon materials used in Examples 1-8 of the present specification. Applicants have also attached hereto Catalog References (Reference 6) for the silicon materials used in Examples 1-8 of the present specification.

Example No.	Silicon material	Specific surface area (m <sup>2</sup> /g)
Example 1	Hydrated silicon dioxide, Sylysia 740	700
Example 2	Light anhydrous silicic acid, Sylysia 350	300
Example 3	Silicon dioxide, Sylysia 250	300
Example 4	Silicon dioxide, Sunsphere H-51	800
Example 5	Calcium silicate, Florite RE	120
Example 6	Light anhydrous silicic acid, Aerosil 300	300 ± 30
Example 7	Light anhydrous silicic acid, Sylysia 350	300
Example 8	Light anhydrous silicic acid, Sylysia 350	300

These results confirm that the composition of claim 1, which requires a porous silicon material, has a dramatically different composition/structure from any product obtained according to Verhoff.

As explained above, the colloidal silica materials of Verhoff have no pores and exist in a colloidal state. Colloidal silica materials have various uses. For example, colloidal silica materials may be used as polishing agents, processing aids for food and beverages, binders for catalysts, agents employed in investment casing shell systems, refractory binders, etc. *See* Excerpt from Nalco Company Website (Reference 7) (copy attached). There is nothing in Verhoff that would have led a skilled artisan to believe that the employed colloidal silica

materials could or should be replaced with a porous silicon material, as in claim 1. The only indication that porous silicon materials could or should be used to improve the solubility of extremely low-solubility drugs is found in the present specification.

As explained, claim 1 is not anticipated by Verhoff. Claims 7 and 13 depend from claim 1 and, thus, also are not anticipated by Verhoff. Accordingly, reconsideration and withdrawal of the rejection are respectfully requested.

#### Rejection Under 35 U.S.C. §103

The Office Action rejects claims 1-4, 7 and 10-13 under 35 U.S.C. §103(a) over Verhoff in view of U.S. Patent No. 5,538,728 to Yanaki et al. ("Yanaki"). By this Amendment, claims 2-4 are cancelled, rendering the rejection moot as to those claims. As to the remaining claims, Applicants respectfully traverse the rejection.

For the reasons discussed above, Verhoff fails to disclose or suggest each and every feature of claim 1. Yanaki does not remedy the deficiencies of Verhoff. Yanaki is cited for its alleged disclosure of a pharmaceutical composition including a complex of a water-swallowable silicate mineral and a drug. See Office Action, pages 8 to 9. However, Yanaki, like Verhoff fails to disclose or suggest a composition including a porous silicon material as recited in claim 1.

As explained, claim 1 would not have been rendered obvious by Verhoff and Yanaki. Claims 7 and 10-13 depend from claim 1 and, thus, also would not have been rendered obvious by Verhoff and Yanaki. Accordingly, reconsideration and withdrawal of the rejection are respectfully requested.

#### Conclusion

Application No. 10/551,901  
Reply to Office Action of September 15, 2009

For the foregoing reasons, Applicants submit that claims 1, 7 and 10-23 are in condition for allowance. Prompt reconsideration and allowance are respectfully requested.

Respectfully submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.  
Norman F. Oblon



---

Jacob A. Doughty  
Registration No. 46,671

Customer Number  
**22850**

Tel: (703) 413-3000  
Fax: (703) 413 -2220  
(OSMMN 08/07)

Vincent K. Shier, Ph. D.  
**Registration Number 50,552**

**Attachments:**

- Product Data Sheets (Reference 1)
- Sales Specifications (Reference 2)
- Particle Size Data (Reference 3)
- Table (Reference 4)
- JP 2008-009348 (Reference 5)
- Catalog References (Reference 6)
- Excerpt from Nalco Company Website (Reference 7)
- Declaration 37 C.F.R. §1.132 filed on June 29, 2009

Reference 1

**eka**

an Akzo Nobel company

## PRODUCT DATA SHEET

# BINDZIL® 215 COLLOIDAL SILICA

### PRODUCT CHARACTERISTICS

BINDZIL® 215 is an alkaline, aqueous dispersion of colloidal silica at a 15% concentration. The dispersed silica is present as amorphous spheres. The particles carry a slightly negative surface charge and have a very large surface area-to-weight ratio. BINDZIL® 215 is an essentially clear liquid, slightly more viscous than water.

TYPICAL PROPERTIES	
Silica, wt. %	15
Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	650
pH	11.0
Viscosity, cP	5
Density, g/cc	1.1

### END USES

BINDZIL® 215 colloidal silica has end uses in the rubber and steel industries and other applications requiring a very small particle size colloidal silica. Rubber industry use is for the improvement of the modulus of foam rubber. In the steel industry, colloidal silica may be used to reduce stickers in ingot molds.

### STORAGE, HANDLING AND PACKAGING

BINDZIL® 215 is freeze sensitive. BINDZIL® 215 is best stored in a dark closed tank made of non-rusting materials such as plastic or coated steel. Aluminum, copper or regular steel should be avoided. Storage temperature should be 5-35°C. BINDZIL® 215 stored under recommended conditions; shelf life is a minimum of 12 months. BINDZIL® 215 is shipped in plastic drums, IBCs/totes or in bulk.

### HEALTH, SAFETY AND ENVIRONMENT

Before handling this material, read the corresponding Material Safety Data Sheet for health, safety and environmental information.

Revision date: Nov 2005

website: [www.colloidalsilica.com](http://www.colloidalsilica.com)

Sweden: Head Office  
Eka Chemicals AB  
Industrial Specialties  
SE-445 80 Bohus, Sweden  
Phone: + 46 31 58 70 00  
Fax: + 46 31 58 78 59

Central Europe  
Akzo Nobel Chemicals GmbH  
Industrial Specialties  
Kreuzauer Str. 46  
DE-52355 Düren, Germany  
Phone: +49 (0)2421 595633  
Fax: +49 (0)2421 595635

North America  
Eka Chemicals Inc.,  
Industrial Specialties  
1775 West Oak Commons Court  
Marietta, GA 30062, U S A  
Phone: +1 770 578 0858  
Fax: + 1 770 321 5885

Asia  
Eka Chemicals (Taiwan) Co., Ltd  
8F, B1, No 51, Sec.2., Gongyi Road,  
Taichung, 408, Taiwan, ROC  
Phone: + 886 4 2327 0520  
Fax: + 886 4 2327 0580

Information herein is accurate to the best of our knowledge. Suggestions are made without warranty or guarantee of results. Before using, user should determine the suitability of the product for his intended use and user assumes the risk and liability in connection therewith. We do not suggest violation of any existing patents or give permission to practice any patented invention without a license.

  
**AKZO NOBEL**



**PRODUCT DATA SHEET**

**BINDZIL® 830 COLLOIDAL SILICA**

**PRODUCT CHARACTERISTICS**

BINDZIL® 830 is an alkaline, aqueous dispersion of colloidal silica at a 30% concentration. The dispersed silica is present as amorphous spheres. The particles carry a slightly negative surface charge and have a high surface area-to-weight ratio. BINDZIL® 830 is an opalescent liquid, slightly more viscous than water.

TYPICAL PROPERTIES	
Silica, wt. %	30
Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	300
pH	10.5
Viscosity, cP	8
Na <sub>2</sub> O, wt. %	0.55
Density, g/cc	1.2

**END USES**

BINDZIL® 830 is useful as a binder in ceramic investment shell casting. It provides ideal viscosities with all refractory powders to yield superior face coats and is easy to apply. Binder slurries made with BINDZIL® 830 have much longer shelf life than ethyl silicate binders. They can be used in combination with all types of investment casting refractories allowing for great design versatility, excellent reproducibility and time-tested reliability. Considering all factors, BINDZIL® 830 colloidal silica binders result in superior shell compositions that are the most economical to use.

**STORAGE, HANDLING AND PACKAGING**

BINDZIL® 830 is freeze sensitive. BINDZIL® 830 is best stored in a dark closed tank made of non-rusting materials such as plastic or coated steel. Aluminum, copper or regular steel should be avoided. Storage temperature should be 5-35°C. BINDZIL® 830 stored under recommended conditions; shelf life is a minimum of 12 months. BINDZIL® 830 is shipped in plastic drums, IBCs/totes or in bulk.

**HEALTH, SAFETY AND ENVIRONMENT**

Before handling this material, read the corresponding Material Safety Data Sheet for health, safety and environmental information.

Revision date: Nov 2005

website: [www.colloidal silica.com](http://www.colloidal silica.com)

Sweden: Head Office  
Eka Chemicals AB  
Industrial Specialties  
SE-445 80 Bohus, Sweden  
Phone: + 46 31 58 70 00  
Fax: + 46 31 58 78 59

Central Europe  
Akzo Nobel Chemicals GmbH  
Industrial Specialties  
Kreuzauer Str. 46  
DE-52355 Düren, Germany  
Phone: +49 (0)2421 595633  
Fax: +49 (0)2421 595635

North America  
Eka Chemicals Inc.,  
Industrial Specialties  
1775 West Oak Commons Court  
Marietta, GA 30062, U S A  
Phone: +1 770 578 0858  
Fax: + 1 770 321 5885

Asia  
Eka Chemicals (Taiwan) Co., Ltd  
6F, B1, No 51, Sec.2., Gongyl Road,  
Taichung, 408, Taiwan, ROC  
Phone: + 886 4 2327 0520  
Fax: + 886 4 2327 0580

Information herein is accurate to the best of our knowledge. Suggestions are made without warranty or guarantee of results. Before using, user should determine the suitability of the product for his intended use and user assumes the risk and liability in connection therewith. We do not suggest violation of any existing patents or give permission to practice any patented invention without a license.

  
**AKZO NOBEL**



an Akzo Nobel company

## PRODUCT DATA SHEET

# BINDZIL® 2034DI COLLOIDAL SILICA

### PRODUCT CHARACTERISTICS

BINDZIL® 2034DI is an acidic, aqueous dispersion of colloidal silica at 34% concentration. The dispersed silica is present as amorphous spheres. The particles carry a slightly negative surface charge and have a high surface area-to-weight ratio. BINDZIL® 2034DI is an essentially clear liquid, slightly more viscous than water.

TYPICAL PROPERTIES	
Silica, wt. %	34
Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	200
pH	3.0
Viscosity, cP	7
Density, g/cc	1.3

### END USES

BINDZIL® 2034DI is a unique colloidal silica of exceptionally good pH stability under moderately acidic conditions. It finds special use in textile applications in providing anti-slip properties to synthetic fibers and control of weave stability under treatment conditions of special pH sensitivity. BINDZIL® 2034DI is useful as a binder in refractory and investment casting situations where a minimum level or exclusion of sodium alkali is desired.

### STORAGE, HANDLING AND PACKAGING

BINDZIL® 2034DI is freeze sensitive. BINDZIL® 2034DI is best stored in a dark closed tank made of non-rusting materials such as plastic or coated steel. Aluminum, copper or regular steel should be avoided. Storage temperature should be 5-35°C. BINDZIL® 2034DI stored under recommended conditions; shelf life is a minimum of six months. BINDZIL® 2034DI is shipped in plastic drums, IBCs/totes or in bulk.

### HEALTH, SAFETY AND ENVIRONMENT

Before handling this material, read the corresponding Material Safety Data Sheet for health, safety and environmental information.

Revision date: Nov 2005

website: [www.colloidalsilica.com](http://www.colloidalsilica.com)

**Sweden: Head Office**  
Eka Chemicals AB  
Industrial Specialties  
SE-445 80 Bohus, Sweden  
Phone: + 46 31 58 70 00  
Fax: + 46 31 58 78 59

**Central Europe**  
Akzo Nobel Chemicals GmbH  
Industrial Specialties  
Kreuzauer Str. 46  
DE-52355 Düren, Germany  
Phone: +49 (0)2421 595833  
Fax: +49 (0)2421 595835

**North America**  
Eka Chemicals Inc.,  
Industrial Specialties  
1775 West Oak Commons Court  
Marietta, GA 30062, U S A  
Phone: +1 770 578 0858  
Fax: +1 770 321 5885

**Asia**  
Eka Chemicals (Taiwan) Co., Ltd  
8F, B1, No 51, Sec.2., Gongyi Road,  
Taichung, 408, Taiwan, ROC  
Phone: + 886 4 2327 0520  
Fax: + 886 4 2327 0580

Information herein is accurate to the best of our knowledge. Suggestions are made without warranty or guarantee of results. Before using, user should determine the suitability of the product for his intended use and user assumes the risk and liability in connection therewith. We do not suggest violation of any existing patents or give permission to practice any patented invention without a license.

  
**AKZO NOBEL**

**PRODUCT DATA SHEET**

**BINDZIL® 9950 COLLOIDAL SILICA**

**PRODUCT CHARACTERISTICS**

BINDZIL® 9950 is an alkaline, aqueous dispersion of colloidal silica at 50% concentration. The dispersed silica is present as amorphous spheres. The particles carry a slightly negative charge and have a large surface area-to-weight ratio. BINDZIL® 9950 has a milky appearance.

TYPICAL PROPERTIES	
Silica, wt. %	50
Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	80
pH	9.0
Viscosity, cP	15
Na <sub>2</sub> O, wt. %	0.1
Density, g/cc	1.4

**END USES**

BINDZIL® 9950 is a colloidal silica useful in those applications where a moderately large particle size dispersion is desired. These include miscellaneous polishing and paper industry uses.

**STORAGE, HANDLING AND PACKAGING**

BINDZIL® 9950 is freeze sensitive. BINDZIL® 9950 is best stored in a dark closed tank made of non-rusting materials such as plastic or coated steel. Aluminum, copper or regular steel should be avoided. Storage temperature should be 5-35°C. BINDZIL® 9950 stored under recommended conditions; shelf life is a minimum of 12 months. BINDZIL® 9950 is shipped in plastic drums, IBCs/totes or in bulk.

**HEALTH, SAFETY AND ENVIRONMENT**

Before handling this material, read the corresponding Material Safety Data Sheet for health, safety and environmental information.

Revision date: Nov 2005

website: [www.colloidalsilica.com](http://www.colloidalsilica.com)

Sweden: Head Office  
Eka Chemicals AB  
Industrial Specialties  
SE-445 80 Bohus, Sweden  
Phone: + 46 31 58 70 00  
Fax: + 46 31 58 78 59

Central Europe  
Akzo Nobel Chemicals GmbH  
Industrial Specialties  
Kreuzauer Str. 46  
DE-52355 Düren, Germany  
Phone: +49 (0)2421 595833  
Fax: +49 (0)2421 595835

North America  
Eka Chemicals Inc.,  
Industrial Specialties  
1775 West Oak Commons Court  
Marietta, GA 30062, U S A  
Phone: +1 770 578 0858  
Fax: +1 770 321 5885

Asia  
Eka Chemicals (Taiwan) Co., Ltd  
6F, B1, No 51, Sec.2., Gongyl Road,  
Taichung, 408, Taiwan, ROC  
Phone: + 886 4 2327 0520  
Fax: + 886 4 2327 0580

Information herein is accurate to the best of our knowledge. Suggestions are made without warranty or guarantee of results. Before using, user should determine the suitability of the product for his intended use and user assumes the risk and liability in connection therewith. We do not suggest violation of any existing patents or give permission to practice any patented invention without a license.

  
**AKZO NOBEL**

**NANOSCALED SILICA SOLS FOR  
SEMICONDUCTOR POLISHING, BONDING  
OF INORGANIC MATERIALS, COATINGS AND  
FLOCCULATION PROCESSES**

Number PD-6034  
Issue 1-26.04.2005

## **LEVASIL® 100S/30%**

<b>Chemical Formula</b>	SiO <sub>2</sub>
<b>Description of Product</b>	30 % colloidal dispersion of silica in water with addition of aluminium salt
<b>Grades Available</b>	<b>Product Designation</b> LEVASIL® 100S/30%

### **Chemical Characteristics<sup>1)</sup>**

(Mass fraction in % [cg/g]; ppm [µg/g])

<b>Property</b>	<b>Limit</b>	<b>Unit</b>	<b>Test method</b>
Solids	30 - 32	%	Drying residue (PRV EO V 005) Density tables (PRV EO V 008)

### **Physical Characteristics**

Density at 20°C	1.198 - 1.206	g/cm <sup>3</sup>	(PRV EO V 006)
Viscosity at 20°C	max. 4	mPas	(PRV EO V 016)
Specific Surface Area	85 - 125	m <sup>2</sup> /g	Sears titration on starting material (PRV EO V 019)

### **Informative Data**

<b>Property</b>	<b>Typical value</b>	<b>Test method</b>
Appearance	milky turbid	
Odour	slightly like acetic acid	
pH at 20°C	3.5 - 4.5	pH-electrode (PRV EO V 009)

Number PD-6034  
Issue 1-26.04.2005

**Packaging**

Product Designation	Packaging according to transport regulations		Material Number
	Packaging	Packaging unit	
LEVASIL® 100S/30 %	140 kg	Non-returnable PE-full-end-opening drum	01015871
LEVASIL® 100S/30 %	1250 kg	Non-returnable PE-Container	01015914

Samples available under different product numbers.

**Storage and Handling** Storage and handling are subject to the rules and regulations in the country of use. LEVASIL® 100S/30 % is sensitive to frost and should be stored at ambient temperatures above 5°C.  
The material can be held in stock for 12 months, if stored properly.

**Hazards Identification in Advertising** (Directive 67/548/EEC Article 26 and Directive 1999/45/EC Article 13)  
none.

**Documentation** An inspection document in accordance with EN 10204 is supplied with every shipment. Inspection documents for samples are supplied on request.

**Partner**



Issuer  
**SPU IS**  
Title  
**Sales Specification Bindzil 215**

Document Type  
**Specification**  
Approved by  
**Hammer-Olsen, Roy**

**AkzoNobel**  
Tomorrow's Answers Today

**SALES SPECIFICATIONS  
BINDZIL 215**

<u>Parameter</u>	<u>Sales specifications</u>	<u>Test method</u>
Density (g/cm <sup>3</sup> at 20°C)	1.094 - 1.111	AP-005D
SiO <sub>2</sub> (weight %)	13.7 - 15.9	AP-058-1
Na <sub>2</sub> O (weight %)	0.70 - 0.95	AP-052
pH (at 20 °C)	10.3 - 11.5	AP-009
Viscosity ( cP at 20°C)	max 10.0	AP-014

Appearance/  
Colour

Free of gelatinous and foreign matter /  
no exceptional colour variation.

Visual  
inspection

**Biocide:** No  
**Storage temperature:** 5 – 35°C (41 – 95°F)  
**Shelf life:** 12 months after date of packing  
**Packaging:** Drums, IBC's, Bulk

Section  
**4. Sell**

Sub-section  
**4 SS CS**

Author  
**nilsson1**

Reference  
**10720**

Document ID  
**P1 00026282**

Version  
**1.0**

Information Classification  
**Internal**

Date  
**July 2, 2008**

Page  
**1 (1)**

Uncontrolled copy when printed

Printed: April 2, 2009

**eka**



Issuer  
SPU IS  
Title  
**Sales Specification Bindzil 830**

Document Type  
**Specification**  
Approved by  
Hammer-Olsen, Roy

**AkzoNobel**  
Tomorrow's Answers Today

**SALES SPECIFICATIONS  
BINDZIL 830**

<u>Parameter</u>	<u>Sales specifications</u>	<u>Test method</u>
Density (g/cm <sup>3</sup> at 20°C)	1.206 - 1.223	AP-005D
SiO <sub>2</sub> (weight %)	29.0 - 31.0	AP-058-2
Na <sub>2</sub> O (weight %)	0.48 - 0.62	AP-052
pH (at 20 °C)	9.8 - 11.2	AP-009
Viscosity ( cP at 20°C)	max 13.0	AP-014
Appearance/ Colour	Free of gelatinous and foreign matter / no exceptional colour variation.	Visual inspection

**Storage temperature:** 5 – 35°C (41 – 95°F)  
**Shelf life:** 12 months after date of packing  
**Packaging:** Drums, IBC's, Bulk

Section <b>4. Sell</b>	Sub-section <b>4 SS CS</b>			
Author nilsson1	Reference 10711			
Document ID P1 00026308	Date August 7, 2008	Version 1.0	Information Classification Internal	Page 1 (1)
Uncontrolled copy when printed			Printed: April 2, 2009	

**eka**



Issuer  
SPU IS  
Title  
*Sales Specification Bindzil 2034DI*

Document Type  
Specification  
Approved by  
Hammer-Olsen, Roy

**AkzoNobel**  
Tomorrow's Answers Today

**SALES SPECIFICATIONS  
BINDZIL 2034DI**

<u>Parameter</u>	<u>Sales specifications</u>	<u>Test method</u>
Density (g/cm <sup>3</sup> at 20°C)	1.224 - 1.240	AP-005D
SiO <sub>2</sub> (weight %)	33.0 - 34.9	AP-058-37
pH (at 20 °C)	2.3 - 3.3	AP-009
Viscosity (cP at 20°C)	max 11.0	AP-014

Appearance/  
Colour

Free of gelatinous and foreign matter /  
no exceptional colour variation.

Visual  
inspection

**Storage temperature:** 5 – 35°C (41 – 95°F)  
**Shelf life:** 6 month after date of packing  
**Packaging:** Drums, IBC's, Bulk

Section  
4. Sell

Sub-section  
4\_SS\_CS

Author  
nilsson1

Reference  
10725

Document ID Version Information Classification  
P1 00026275 1.0 Internal

Date  
July 2, 2008

Page  
1 (1)

Uncontrolled copy when printed

Printed: April 2, 2009

**eka**



Eka Chemicals AB  
Industrial Specialties

## IS Management System

Issuer  
SPU IS  
Title

Sales Specification Levasil 100S/30%

Document Type  
Specification  
Approved by  
Hammer-Olsen, Roy**AkzoNobel**

Tomorrow's Answers Today

**SALES SPECIFICATIONS**  
Levasil 100S/30%

<u>Parameter</u>	<u>Sales specifications</u>	<u>Test method</u>
Density (g/cm <sup>3</sup> at 20°C)	1.198 - 1.206	PRV-006
Total Solids (%)	30 - 32	PRV-001
pH (at 20 °C)	3.5 - 4.5	PRV-009
Viscosity (mPa s at 20°C)	max. 4	PRV-016
Titrated BET Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	85 - 125	PRV-019 on starting material

Appearance / Color	Milky turbid / no exceptional color variation.	Visual inspection
Odor	Slightly like acetic acid	Olfactory

<b>Biocide:</b>	Contains less than 5 ppm active chlorine
<b>Storage temperature:</b>	5 - 50°C (41 - 122°F)
<b>Shelf life:</b>	12 month after date of packing
<b>Packaging:</b>	Drums, IBC's, Bulk

Section  
4. SellSub-section  
4\_SS\_CSAuthor  
Meizer/PantkeReference  
12541Document ID  
P1 00029875Version  
3.0Information Classification  
InternalDate  
June 22, 2009Page  
1 (1)

Uncontrolled copy when printed

Printed: June 23, 2009

eka

Reference 3



**AkzoNobel**

Tomorrow's Answers Today

January 18, 2010

興和株式会社 富士研究所  
DDS研究部 創剤グループ  
三浦 博志 様

エカケミヤクス株式会社



162-0842

東京都新宿区市谷砂土原町1-2-34

KSKビル2階

Phone 03-3235-9121 Fax 03-3235-9127

### Bindzil サンプル粒子径ご報告の件

いつも大変お世話様になります。

標記の件、 下記の通り一覧表にてご報告申し上げます。

よろしくご確認下さる様お願い申し上げます。

Samples	Particle size (nm)
Bindzil 215	4
Bindzil 830	8
Bindzil 2034D1	20
Levasil 100S/30%	20

以上

庄子 正行



**eka**

Reference 4

No.	Silica taught by Verhoff (see [0108])		Reference 1 (Product data sheet)	Reference 2 (Sales specifications)	Reference 3 (Information from Eka)
	Colloidal silica available from Eka Nobel, Inc.	Colloidal silica available from Nalco Products, Inc.	Specifications (Verhoff)		
1	NYACOL 215		basic colloidal silica an average particle size of 5 nm 15% solids	Bindzil 215: pH(at 20 °C) 10.3 – 11.5 SiO <sub>2</sub> (weight %) 13.7 – 15.9	Bindzil 215: particle size: 4 nm
2		NALCO 1115	basic colloidal silica an average particle size of 5 nm 15% solids		
3		NALCO 2326	basic colloidal silica an average particle size of 5 nm 15% solids		
4		NALCO 1130	basic colloidal silica an average particle size of 5 nm * 30% solids	Bindzil 830: alkaline, pH 10.5 colloidal silica Silica(wt. %) 30 (Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g) 300)	Bindzil 830: particle size: 8 nm
5		NALCOAG 1034A	acidic colloidal silica an average particle size of 20 nm 34% solids	Bindzil 2034DE: acidic, pH 3.0 colloidal silica Silica(wt.%) 34 (Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g) 200)	Bindzil 2034DE: particle size: 20 nm
6		NALCOAG 1SJ613	acidic alumina-coated colloidal silica an average particle size of 20 nm 20% SiO <sub>2</sub> and 4% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Levasil 100S/30%: pH(at 20 °C) 3.5 – 4.5 Total Solids(%) 30 – 32 (Titrated BET Surface Area(m <sup>2</sup> /g) 85 – 125)	Levasil 100S/30%: particle size: 20 nm
7	NYACOL 5050 (unavailable)		colloidal silica an average particle size of 50 nm 50% solids		
8	NYACOL 9950		colloidal silica an average particle size of 99 nm 50% solids	Bindzil 9950: alkaline, pH 9.0 colloidal silica Silica(wt. %) 50 (Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g) 80)	

\*Verhoff mentions that NALCO 1130 has an average particle size of 5 nm, which seems a typographical error. In the corresponding Japanese specification, the average particle size of NALCO 1130 is shown to be 8 nm.

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-9348

(P2008-9348A)

(43) 公開日 平成20年1月17日(2008.1.17)

(51) Int. Cl.		F I			テーマコード (参考)	
<b>G 0 2 B</b>	<b>1/11</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>G 0 2 B</b>	<b>1/10</b>	<b>A</b>	<b>2 K 0 0 9</b>
<b>B 3 2 B</b>	<b>7/02</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>B 3 2 B</b>	<b>7/02</b>	<b>1 0 3</b>	<b>4 F 1 0 0</b>
<b>B 3 2 B</b>	<b>27/30</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>B 3 2 B</b>	<b>27/30</b>	<b>D</b>	
<b>G 0 2 B</b>	<b>1/10</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>G 0 2 B</b>	<b>1/10</b>	<b>Z</b>	

審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2006-182612 (P2006-182612)	(71) 出願人	000002897
(22) 出願日	平成18年6月30日 (2006. 6. 30)		大日本印刷株式会社
			東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号
		(74) 代理人	100099139
			弁理士 光来出 良彦
		(72) 発明者	吉原 俊夫
			東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号
			大日本印刷株式会社内
		Fターム(参考)	2K009 AA03 AA15 BB11 CC22 CC24
			CC42 DD02 DD05
			4F100 AK01B AK17B AR00E AT00A BA02
			BA04 BA05 BA07 BA10A BA10D
			BA10E CA30B DE01B EH46 GB41
			GB90 JB14B JK12E JN01 JN01A
			JN06 JN08B JN18 JN18B JN18C
			JN18D YY00B YY00C YY00D

(54) 【発明の名称】 反射防止積層体

(57) 【要約】

【課題】透明基材上に低屈折率層を必須の構成層として形成する反射防止フィルム等の反射防止積層体において、低屈折率化させるためのモノマーを使用する場合に、バインダー樹脂や溶剤に対して不相溶にならずに、したがって、不相溶が原因で発生する外観を損ねるようなハジキの発生や、不相溶な部分が固まって生ずる膜強度の劣化を防止できる反射防止積層体を提供する。

【解決手段】透明基材上に、光透過性の低屈折率層を構成層の少なくとも一つとして有する2層以上を形成してなる反射防止積層体である。該低屈折率層は、必須成分として、(1) エーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰り返し単位を持つフッ素原子含有モノマー、(2) 電離放射線硬化性のバインダー成分、(3) 有機溶剤、を含有するコーティング組成物を、被覆すべき面に塗工し硬化させて硬化層としたものである。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

透明基材上に、光透過性の低屈折率層を構成層の少なくとも一つとして有する 2 層以上を形成してなる反射防止積層体であって、

該低屈折率層は、必須成分として、

(1) エーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰り返し単位を持つフッ素原子含有モノマー、

(2) 電離放射線硬化性のバインダー成分、

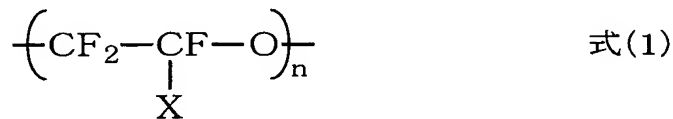
(3) 有機溶剤、

を含有するコーティング組成物を、被覆すべき面に塗工し硬化させてなる硬化層であることを特徴とする反射防止積層体。 10

## 【請求項 2】

前記フッ素原子含有モノマーは、下記一般式 (1) で表される繰り返し単位を有する請求項 1 に記載の反射防止積層体。

## 【化 1】



20

(式中、X は F 元素、 $\text{CF}_3$  を示し、n は 1 ～ 20 の整数を示す。)

## 【請求項 3】

前記フッ素原子含有モノマーがさらに電離放射線硬化性を有することを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 4】

前記モノマーが、多官能ジアクリレートである請求項 3 に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 5】

前記低屈折率層を形成している硬化層の少なくとも一部は、水素結合形成基を有するバインダー成分の硬化物であることを特徴とする、請求項 1 に記載の反射防止積層体。

30

## 【請求項 6】

前記低屈折率層を形成するためのコーティング組成物は、平均粒子径 5 nm ～ 300 nm の微粒子を含むことを特徴とする、請求項 1 乃至 5 の何れか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 7】

前記低屈折率層の膜厚が、0.05 ～ 0.15 μm の範囲である、請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 8】

光透過性の高屈折率層及び光透過性の低屈折率層を硬化層として少なくとも備え、共に、1 層又は 2 層以上の光透過性の中屈折率層を硬化層としてさらに備え、該高屈折率層、該中屈折率層及び該低屈折率層は、屈折率の高低が交互に入れ替わり且つ該低屈折率層の 1 層が最も鑑賞面側に位置するように積層されるものであり、該低屈折率層が請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載のフッ素原子含有モノマーを用いて形成されていることを特徴とする反射防止積層体。

40

## 【請求項 9】

前記光透過性の高屈折率層、前記光透過性の中屈折率層、及び前記光透過性の低屈折率層のいずれかの層に接してハードコート層を備えていることを特徴とする請求項 8 に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 10】

前記高屈折率層及び／又は前記中屈折率層はハードコート層を兼ねることを特徴とする、請求項 8 又は 9 に記載の反射防止積層体。

50

## 【請求項 1 1】

前記高屈折率層、前記中屈折率層、又は前記低屈折率層がウエットコーティング法により形成されたものであることを特徴とする、請求項 8 乃至 10 のいずれか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 1 2】

前記高屈折率層及び／又は前記中屈折率層は、膜厚が  $0.05 \sim 20 \mu\text{m}$  で、屈折率が  $1.45 \sim 2.00$  で、且つ、JIS-K7361 に規定されるヘイズ値が前記透明基材だけのヘイズ値と変わらないか又は前記透明基材だけのヘイズ値との差が 10 % 以内であることを特徴とする、請求項 8 乃至 11 のいずれか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 1 3】

前記高屈折率層及び／又は前記中屈折率層は、水素結合形成基を残した硬化層であることを特徴とする、請求項 8 乃至 12 のいずれか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【請求項 1 4】

#0000 番のスチールウールを用いて 10 回擦ったときの、反射防止積層体のヘイズ値の変化が認められる最低荷重量が、200 g 以上であることを特徴とする、請求項 1 乃至 13 のいずれか 1 項に記載の反射防止積層体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は低屈折率層を有する透明プラスチック製の反射防止フィルム等の反射防止積層体に関し、さらに詳しくは、屈折率を低下させることの調整が可能で、溶剤やバインダー樹脂との相溶性に優れた反射防止積層体に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

基材／低屈折率層の各層を基本的に有する反射防止フィルム、或いは、基材／高屈折率乃至中屈折率層／低屈折率層の各層を基本的に有する反射防止フィルム等の反射防止積層体はよく知られている。このような反射防止フィルムの最上層には低屈折率層が使用されているが、最低反射率を下げる目的で低屈折率層にフッ素を含有するモノマーを添加することが知られている。しかしながら、一般のモノマー類における水素原子をフッ素原子に置換したモノマーを用いる場合、そのフッ素原子の置換量を増やすと硬化膜が柔らかくなり傷つき易くなる。そのため、膜強度向上のために多官能アクリレートと組み合わせる必要があるが、フッ素原子を多く持つモノマーは他のモノマーや汎用溶剤との相溶性に乏しく、透明な反射防止フィルムとすることは困難である。また、高価な含フッ素溶剤を使用しなければならない不具合も起こる。

## 【0003】

特開 2004-198445 号公報（特許文献 1）には、特定構造のフルオロエチレニル基を含む繰返し単位からなる重合体部 A と、特定のシロキサン構造群からなる繰返し単位及び架橋反応性基を有する繰返し単位からなる重合体部 B とから構成される AB 型若しくは ABA 型ブロック共重合体（BP）、並びに硬化剤及び硬化促進剤のうちの少なくとも一種を含有する被膜形成用組成物を塗設、硬化させて形成されたことを特徴とする反射防止膜及び防汚性膜並びに該防汚性膜／反射防止膜を支持体上に配した防汚・反射防止フィルムが提案されているが、該被膜形成用組成物を単独で用いた場合は膜強度が弱く、添加剤として使用した際はバインダー成分との相溶性が不十分となる。

## 【0004】

特開 2005-196122 号公報（特許文献 2）には、含フッ素化合物と含フッ素ビニルモノマーから導かれる繰返し単位と側鎖に（メタ）アクリロイル基を有する繰返し単位からなる共重合体を主成分とし、ランダムでもブロックでも良いとしている共重合体を被膜形成用組成物としているが、該共重合体は、分子量に分布があるため分子中における防汚成分の割合がまちまちとなり、該共重合体を添加剤としてバインダー成分に添加して用いた場合には、一部がバインダー成分に不相溶となる。

10

20

30

40

50

【特許文献1】特開2004-198445号公報

【特許文献2】特開特開2005-196122号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

そこで本発明は、透明基材上に低屈折率層を必須の構成層として形成する反射防止フィルム等の反射防止積層体において、低屈折率化させるためのモノマーを使用する場合に、低屈折率層を形成するのためのバインダー樹脂や溶剤に対して不相溶にならずに、したがって、不相溶が原因で発生する外観を損ねるようなハジキの発生や、不相溶な部分が固まって生ずる膜強度の劣化を防止できる反射防止積層体を提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0006】

前記した課題を解決するために本発明者は鋭意研究を重ねた結果、フッ素原子を多く持つモノマーを低屈折率層形成用のバインダー樹脂に添加する場合に、該バインダー樹脂との相溶性を高める方法を見だし本発明を完成するに至った。

【0007】

即ち、第1発明は、透明基材上に、光透過性の低屈折率層を構成層の少なくとも一つとして有する2層以上を形成してなる反射防止積層体であって、該低屈折率層は、必須成分として、(1)エーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰り返し単位を持つフッ素原子含有モノマー、(2)電離放射線硬化性のバインダー成分、(3)有機溶剤

20

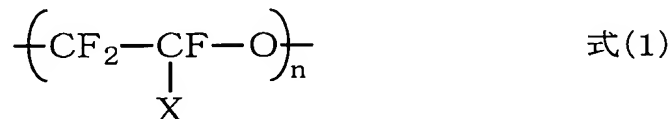
、を含有するコーティング組成物を、被覆すべき面に塗工し硬化させてなる硬化層であることを特徴とする反射防止積層体である。

【0008】

第2発明は、前記第1発明において、前記フッ素原子含有モノマーは、下記一般式(1)で表される反射防止積層体である。

【0009】

【化1】



30

(式中、XはF元素、CF<sub>3</sub>、nは1～20を示す。)

前記一般式(1)においてnが20を超えると他の成分との相溶性が劣る。

【0010】

第3発明は、前記第1発明又は前記第2発明において、前記フッ素原子含有モノマーがさらに電離放射線硬化性を有することを特徴とする反射防止積層体である。

【0011】

第4発明は、前記第3発明において、前記フッ素原子含有モノマーが多官能ジアクリレートである場合の反射防止積層体である。

40

【0012】

第5発明は、前記第1発明において、前記低屈折率層を形成している硬化層の少なくとも一部が、水素結合形成基を有するバインダー成分の硬化物であることを特徴とする反射防止積層体である。

【0013】

第6発明は、第1発明乃至前記第5発明のいずれかにおいて、前記低屈折率層を形成するためのコーティング組成物は、平均粒子径5nm～300nmの微粒子を含むことを特徴とする反射防止積層体である。

【0014】

第7発明は、前記第1発明乃至前記第6発明のいずれかにおいて、前記低屈折率層の膜

50

厚が、 $0.05 \sim 0.15 \mu\text{m}$ の範囲である反射防止積層体である。

【0015】

第8発明は、光透過性の高屈折率層及び光透過性の低屈折率層を硬化層として少なくとも備え、1層又は2層以上の光透過性の中屈折率層を硬化層としてさらに備え、該高屈折率層、該中屈折率層及び該低屈折率層は、屈折率の高低が交互に入れ替わり且つ該低屈折率層の1層が最も鑑賞面側に位置するように積層されるものであり、該低屈折率層が前記第1発明乃至第4発明のいずれかのフッ素原子含有モノマーを用いて形成されていることを特徴とする反射防止積層体である。

【0016】

第9発明は、前記第8発明において、前記光透過性の高屈折率層、前記光透過性の中屈折率層、及び前記光透過性の低屈折率層のいずれかの層に接してハードコート層を備えていることを特徴とする反射防止積層体である。

【0017】

第10発明は、前記第8発明又は前記第9発明において、前記高屈折率層及び／又は前記中屈折率層はハードコート層を兼ねることを特徴とする反射防止積層体である。

【0018】

第11発明は、前記第8発明乃至前記第10のいずれかにおいて、前記高屈折率層、前記中屈折率層、又は前記低屈折率層がウエットコーティング法により形成されたものであることを特徴とする反射防止積層体である。

【0019】

第12発明は、前記第8発明乃至前記第11発明のいずれかにおいて、前記高屈折率層及び／又は前記中屈折率層が、膜厚 $0.05 \sim 20 \mu\text{m}$ で、屈折率 $1.45 \sim 2.00$ で、且つ、JIS-K7361に規定されるヘイズ値が前記透明基材だけのヘイズ値と変わらないか又は前記透明基材だけのヘイズ値との差が10%以内であることを特徴とする反射防止積層体である。

【0020】

第13発明は、前記第8発明乃至第12発明のいずれかにおいて、前記高屈折率及び／又は前記中屈折率層が、水素結合形成基を残した硬化層であることを特徴とする反射防止積層体である。

【0021】

第14発明は、前記第1発明乃至第13発明のいずれかにおいて、#0000番のスクラブルを用いて10回擦ったときの、反射防止積層体のヘイズ値の変化が認められる最低荷重量が、200g以上であることを特徴とする反射防止積層体である。

【発明の効果】

【0022】

本発明によれば、透明基材上に光透過性の低屈折率層を構成層の少なくとも一つとして有する2層以上を形成してなる反射防止積層体において、エーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰り返し単位を持つモノマー、電離放射線硬化性のバインダー成分、有機溶剤を含有するコーティング組成物を用いて低屈折率層を形成しているので、該モノマーはバインダー樹脂や溶剤に対して不相溶にならずに、したがって、不相溶が原因で発生する外観を損ねるようなハジキの発生や、不相溶な部分が固まって生ずる膜強度の劣化を防止した反射防止積層体とすることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0023】

フッ素原子含有モノマー：

本発明で用いるフッ素原子含有モノマーは、エーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰り返し単位を持つモノマーである。該モノマーには、上記の一般式(1)で表す繰り返し単位を持つモノマーが好ましい。

【0024】

フッ素原子含有モノマーがさらに電離放射線硬化性を有することより、電離放射線硬化

10

20

30

40

50



性のバインダー樹脂と同様な硬化性能が発揮される。低屈折率層に強度を付与するにはフッ素原子含有モノマーを電離放射線硬化性とすることが好ましく、具体的には多官能ジアクリレートとすることが好ましく、フッ素原子含有モノマーに導入するのに適した多官能アクリレートには、ヘキサンジオールジ（メタ）アクリレートや（ポリ）エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）プロピレングリコールジ（メタ）アクリレートやネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールジ（メタ）アクリレートやトリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレートやジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、エポキシアクリレートやポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレートの如き多官能アクリレート系モノマーなどがあげられる。

10

## 【0025】

電離放射線硬化性のバインダー成分：

本発明において用いられる電離放射線硬化型バインダー成分は、1分子中に少なくとも1つ以上の水素結合形成基と1つ以上の電離放射線で硬化する官能基（単に「電離放射線硬化性基」と呼ぶことがある）を有する化合物が含まれることが望ましい。このように、電離放射線で硬化する電離放射線硬化性基の単独、あるいは硬化剤によって熱硬化する水素結合形成基とを有するので、該バインダー成分を含有する塗工液を被塗工体の表面に塗布し、乾燥し、電離放射線の照射、または電離放射線の照射と加熱を行うと、塗膜内に架橋結合等の化学結合を形成し、塗膜を効率よく硬化させることができる。

## 【0026】

本発明において「電離放射線硬化性基」とは、電離放射線の照射により重合または架橋等の大分子量化反応を進行させて塗膜を硬化させることができる官能基であり、例えば、光ラジカル重合、光カチオン重合、光アニオン重合のような重合反応、あるいは、光二量化を経て進行する付加重合または縮重合等の反応形式により反応が進行するものが挙げられる。特に、（メタ）アクリロイル基、ビニル基、アリル基等のエチレン性不飽和結合やエポキシ基やオキセタン基等の環状エーテル結合は、紫外線や電子線のような電離放射線の照射により直接、または開始剤の作用を受けて間接的に光ラジカルや光カチオン重合反応を生じるものであり、光硬化の工程を含む取り扱いが比較的容易なので好ましく、その中でも（メタ）アクリロイル基やオキセタン基は生産性に優れ、また、硬化後の塗膜の機械強度のコントロールが容易であるため好ましい。

20

30

## 【0027】

本発明において「電離放射線硬化性基」は単独であっても良いし2つ以上が組み合わさっていても良い。

## 【0028】

本発明における低屈折率層を形成している硬化層の少なくとも一部は、水素結合形成基を有するバインダー成分の硬化物であることが望ましい。

## 【0029】

水素結合形成基：

本発明における「水素結合形成基」とは、加熱によって同じ官能基同士または他の官能基との間で重合または架橋等の大分子量化反応を進行させて硬化させることができる官能基であり、例えば、アルコキシ基、水酸基、カルボキシル基、アミノ基、エポキシ基、等を例示することができる。これらの官能基の中でも水酸基は、無機微粒子を用いた場合特に、微粒子との親和性にも優れており、該無機微粒子のバインダー中での分散性を向上させるので好ましい。また、バインダー成分への導入が容易で、無機微粒子表面の水酸基に吸着し、塗工液や塗膜中に均一に分散させることが可能となり、塗工液の寿命向上や無機微粒子の凝集による巨大粒子化による塗膜の透明性や膜強度の低下が無い均一な塗膜の形成が可能となる。さらに硬化に際しては、単独、あるいは硬化剤を用いた熱硬化により、バインダー成分同士、あるいは微粒子表面の水酸基と共有結合を形成して微粒子が架橋剤として作用し、塗膜強度の更なる向上を図ることができるために特に好ましい。

40

## 【0030】

50

電離放射線硬化型樹脂組成物に好ましく使用されるモノマー類としては、本質的に、あるいは合成時に副生され、モノマーの一部として混在する水酸基等の水素結合形成基を持つものが、一分子中に電離放射線硬化性基と水素結合形成基とを併せ持つため好ましい。これらのうち、エチレン性不飽和基を有するモノマーの例には、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレートモノステアレート等のジ(メタ)アクリレート；トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート等のトリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート誘導体やジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート等の多官能(メタ)アクリレート、等を例示することができる。

#### 【0031】

これらに加え、OH残基を有するエポキシアクリレート樹脂(共栄社化学社製「エポキシエステル」：商品名や、昭和高分子社製「リポキシ」：商品名、等)や各種イソシアナートと水酸基を有するモノマーとがウレタン結合を介して重付加によって得られるウレタンアクリレート樹脂(日本合成化学工業社製「紫光」：商品名、や共栄社化学社製「ウレタンアクリレート」：商品名)といった水素結合を含有する数平均分子量(GPC法で測定したポリスチレン換算数平均分子量)が2万以下のオリゴマー類も好ましく使用できる。

#### 【0032】

これらのモノマー類やオリゴマー類は塗膜の架橋密度を高める効果が高いほか、数平均分子量が2万以下と小さいので流動性が高い成分であり、コーティング組成物の塗工適性を向上させる効果もある。

#### 【0033】

さらに、必要に応じて水素結合形成基を有するモノマーを含む(共)重合体で、主鎖や側鎖に(メタ)アクリレート基を有する数平均分子量が2万以上の反応性ポリマーなども好ましく使用することができる。これらの反応性ポリマーは例えば東亜合成社製の「マクロモノマー」(商品名)等の市販品として購入することも可能であるし、メタクリル酸メチルとグリシジルメタクリレートとの共重合体をあらかじめ重合しておき、後から共重合体のグリシジル基とメタクリル酸やアクリル酸のカルボキシル基を縮合させることで、(メタ)アクリレート基を有する反応性ポリマーを得ることができる。これら分子量が大きい成分を含むことで、防眩層などの複雑な形状に対する成膜性の向上や硬化時の体積収縮による反射防止積層体のカールや反りの低減が可能となる。

#### 【0034】

上記官能基を有するモノマーの代わりまたはそれに加えて、架橋性基の反応により、架橋構造をバインダーポリマーに導入してもよい。架橋性官能基の例には、イソシアナート基、エポキシ基、アジリジン基、オキサゾリン基、アルデヒド基、カルボニル基、ヒドラジン基、カルボキシル基、メチロール基、および活性メチレン基が含まれる。ビニルスルホン酸、酸無水物、シアノアクリレート誘導体、メラミン、エーテル化メチロール、エステルおよびウレタンも、架橋構造を導入するためのモノマーとして利用できる。ブロックイソシアナート基のように、分解反応の結果として架橋性を示す官能基を用いてもよい。

また、本発明において架橋性基とは、上記化合物に限らず上記官能基が分解した結果反応性を示すものであってもよい。

#### 【0035】

上記したモノマー、オリゴマー、ポリマー、および、上記に属さないモノマー、オリゴマー、ポリマーを適宜組み合わせ、成膜性、塗工適性、電離放射線硬化の架橋密度、熱硬化性を有する水素結合形成基の含有量等の諸性質を調節することができる。例えば、モノマー、オリゴマーにより架橋密度と加工適性が向上し、ポリマーによりコーティング組成物の成膜性が向上する。

#### 【0036】

本発明においては、数平均分子量が2万以下のモノマーおよび／またはオリゴマーと数平均分子量が2万以上のポリマーを適宜組み合わせ、塗膜の諸性質を容易に調節すること

10

20

30

40

50

が可能である。

#### 【0037】

反射防止積層体：

本発明の反射防止積層体の層構成の形態は、透明基材上に、光透過性の低屈折率層を構成層の少なくとも一つとして有する2層以上を形成してなる反射防止積層体であるが、具体例として、透明基材上に、光透過性の高屈折率層、光透過性の中屈折率層、光透過性の低屈折率層を有し、該高屈折率層、該中屈折率層及び該低屈折率層は、屈折率の高低が交互に入れ替わり且つ該低屈折率層が最も鑑賞面側に位置するように積層されたものを挙げることができる。前記いずれかの層に隣接してハードコート層を設けることができる。或いは、該高屈折率層及び該中屈折率層のうち少なくとも一つが前記ハードコート層であつてもよい。該高屈折率層、前記中屈折率層、又は前記低屈折率層は塗布等によるウエットコーティング法により形成することができるので、操作性が向上する。

10

#### 【0038】

低屈折率層：

本発明の反射防止積層体における低屈折率層は、電離放射線硬化性のバインダー成分及び溶剤中に前記に詳述したエーテル結合を介してフッ素で置換されたアルキル鎖の繰返し単位を持つフッ素原子含有モノマーを添加して形成してなる低屈折率層形成用組成物を塗布、硬化して形成したものである。好ましくは、水素結合形成基を含有する低屈折率層であって、バインダー成分と平均粒子径5 nm～300 nmの微粒子とを含むナノポーラス構造を有することが望ましい。低屈折率層のバインダー樹脂は、低屈折率層に水素結合形成基を含有するものが望ましく、例えば、フッ素原子含有モノマー及び／又はポリマーを含む電離放射線硬化型樹脂組成物の硬化物を挙げることができる。水素結合形成基の例には前記電離放射線硬化型樹脂組成物に導入した水素結合形成基が挙げられる。

20

#### 【0039】

一般的に、分子中にフッ素原子を含む樹脂組成物は屈折率が低い材料なので、屈折率の低い塗膜を形成できる長所を有するが、該樹脂組成物を塗布して形成された塗膜は、原子間力が小さいフッ素原子を含有しているため硬度及び強度が不足し易いという欠点を有する。このような不都合に対して、本発明の反射防止積層体の好ましい態様は、塗膜中にそれ自身が空隙を有する、及び／又は集合体を形成することで空隙を有する、平均粒子径5 nm～300 nmの微粒子を含有させることであり、塗膜の硬度及び強度を不要するために望ましい。該低微粒子を添加した場合には、分子中にフッ素原子を含有する樹脂組成物を用いるにも関わらず、硬化した樹脂組成物中に分散している空隙を有する微粒子の凝集力及び硬さによって、形成された塗膜が引き締められる。したがって、平均粒子径5 nm～300 nmの微粒子をフッ素原子を含む樹脂組成物中に添加することにより、フッ素原子の含有量を非常に大きくした場合でも塗膜の硬度及び強度の著しい低下を避けることができる。

30

#### 【0040】

それ自身が空隙を有する微粒子は、微細な空隙を外部や内部に有しており、気体、例えば、屈折率1の空気が充填されているので、それ自身の屈折率が低い特徴があり、塗膜中に集合体を形成せずに均一に分散した場合でも、塗膜の屈折率を低下させることができるため好ましい。空隙を有する微粒子の好ましい例には、多孔質シリカ微粒子や中空シリカ微粒子が挙げられる。即ち、例えば、シリカを例にすると、内部に気体を有しない通常のコロイダルシリカ粒子（屈折率 $n = 1.46$ 程度）に比べると、シリカの空隙を有する微粒子の屈折率は $1.20 \sim 1.45$ と低い。或いは、空隙を有する微粒子の好ましい別の例には、多孔質ポリマー微粒子や中空ポリマー微粒子が挙げられる。

40

#### 【0041】

ナノポーラス構造：

本発明の反射防止積層体における低屈折率層は、前記微粒子を含む低屈折率層の微粒子の形態、構造、凝集状態、塗膜内部での微粒子の分散状態により、内部、及び／又は表面の少なくとも一部にナノポーラス構造を有することが望ましい。

50

## 【0042】

本発明の反射防止積層体の低屈折率層におけるナノポーラス構造とは、平均粒子径5 nm～300 nmの微粒子が集合体を形成した結果生じる平均孔径が0.01 nm～100 nmの空気を含有する独立した、及び／又は連続した孔である構造が挙げられる。或いは、ナノポーラス構造を有する低屈折率組成物をコーティングしてなる低屈折率層には、ナノポーラス構造が、平均粒子径5 nm～300 nmの微粒子自身の平均孔径0.01 nm～100 nmの空気を含有する孔を有することにより形成される構造が挙げられる。

## 【0043】

本発明において、ナノポーラスとは、粒子自身が持っている孔、或いは粒子同士が集合体を形成することによって生じる空隙、又は比表面積が大きい多孔質粒子に取り込まれた空気が塗膜形成の過程で粒子から塗膜中に拡散して生じる空気の孔のことを言い、所望の大きさの範囲内であれば、独立していても、連続していても良い。

## 【0044】

微粒子の配合によりバインダー成分濃度が希釈されて低屈折率層の機械的強度や屈折率に悪影響を及ぼす弊害を避けるために、微粒子の屈折率は1.60以下であることが好ましい。

## 【0045】

微粒子が無機化合物の場合、非晶質であることが好ましい。無機微粒子は、金属の酸化物、窒化物、硫化物またはハロゲン化物からなることが好ましく、金属酸化物または金属ハロゲン化物からなることがさらに好ましく、金属酸化物または金属フッ化物からなることが最も好ましい。金属原子としては、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Si、Bが好ましく、Mg、Ca、BおよびSiがさらに好ましく、二種類の金属を含む無機化合物を用いてもよい。

## 【0046】

無機微粒子の少なくとも一部を表面処理することにより、溶剤又はバインダーとの親和性の改善やバインダーとの反応性を付与させることが好ましい。

## 【0047】

表面処理は、プラズマ放電処理やコロナ放電処理のような物理的表面処理と、カップリング剤や有機低分子化合物、ポリマー等を表面に吸着、或いは結合させる化学的表面処理に分類できる。更に、無機微粒子表面の少なくとも一部を、それよりも粒子径が小さい無機や有機やそれらの複合微粒子で被覆しても良い（これらを総称して「表面処理物」という）。

## 【0048】

化学的表面処理のみ、または物理的表面処理と化学的表面処理の組み合わせで実施することが好ましい。

## 【0049】

カップリング剤としては、有機金属化合物（例、チタンカップリング剤、シランカップリング剤、アルミキレート化剤）が好ましく用いられる。

## 【0050】

表面処理物は無機微粒子表面の化学的性質によって適宜使用する事が好ましい。例えば、アニオン性を有する無機微粒子であればカチオン性の有機低分子化合物の使用が好ましい。

## 【0051】

無機微粒子表面に水酸基等の官能基がある場合は、表面処理物を安定に吸着させることができ、また、シランカップリング剤や該官能基との反応性を有するポリマーを使用する事でより安定な化学結合による表面処理が特に有効に実施できるため、より好ましい。

## 【0052】

無機微粒子に吸着、及び／或いは結合した表面処理物には、バインダー成分との反応性を持たせるためにバインダー成分の種類に応じて水酸基、アミノ基等の熱硬化性基や（メタ）アクリロイルオキシ基、エポキシ基、オキセタン基、マレイミド基等の電離放射線硬

10

20

30

40

50

化性基等を適宜使用することが好ましい。

### 【0053】

微粒子が有機化合物の場合は、架橋、非架橋に関わらず平均粒子径 5 nm～300 nm のポリマー微粒子であれば特に制限されず使用でき、ポリオレフィン系、フッ素系ポリマー系、ポリスルホン系、ポリエステル系、ポリビニルアセタール系、ポリビニルアルコール系、ポリアミド系、ポリイミド系、ポリウレタン系、ポリアクリル系、ポリスチレン系、ポリケトン系、シリコーン系、ポリ乳酸系、セルロース系等やこれらの共重合物を用いることが出来る。特に、低屈折率化の観点からはフッ素ポリマー系、シリコーン系からなることがさらに好ましい。また、例えば、ポリアクリル系であってもフッ素原子を含有するアクリルモノマーを使用する事で微粒子の低屈折率化が可能となるため好ましい。

10

### 【0054】

有機微粒子も溶剤又はバインダーとの親和性やバインダーとの反応性が得られるモノマー重合体が表面に形成されることが好ましい。また、無機微粒子と同様の物理的および／或いは表面処理物を用いた化学的表面処理を施すことも好ましい。

### 【0055】

透明基材：

本発明による反射防止積層体を構成する光透過性の透明基材は、板状であってもフィルム状であっても良い。好ましい透明基材としては、例えば、トリアセテートセルロース（TAC）、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ジアセチルセルロース、アセテートブチレートセルロース、ポリエーテルサルホン、アクリル系樹脂；ポリウレタン系樹脂；ポリエステル；ポリカーボネート；ポリスルホン；ポリエーテル；トリメチルペンテン；ポリエーテルケトン；（メタ）アクリロニトリル；環状ポリオレフィン等の各種樹脂で形成したフィルム等を例示することができる。基材の厚さは、通常 30 μm～200 μm 程度であり、好ましくは 50 μm～200 μm である。

20

### 【実施例】

### 【0056】

[実施例 1]

基材／ハードコート層／低屈折率層からなる反射防止フィルム

低屈折率層形成用組成物の調製：

下記組成の成分を配合して水素結合形成基（OH基）を有する低屈折率層形成用組成物を調製した。

30

下記式（2）に示すジアクリレート

0.25 g

ペンタエリスリトールトリアクリレート（PETA：略語、注：水素結合形成基（OH基）を含む）

0.25 g

イルガキュア 184（商品名：チバスペシャリティケミカルズ社製）

0.01 g

イルガキュア 907（商品名：チバスペシャリティケミカルズ社製）

0.03 g

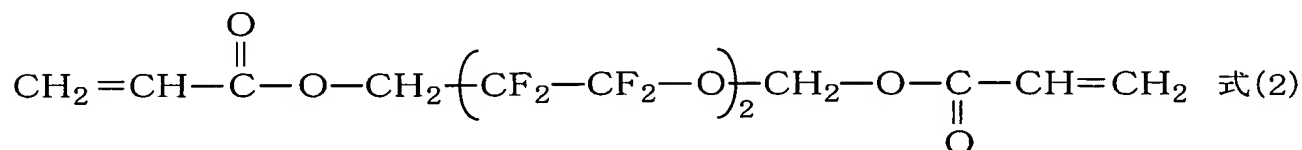
メチルイソブチルケトン

9.46 g

### 【0057】

【化 2】

40



### 【0058】

ハードコート層形成用組成物の調製：

下記組成の成分を配合してハードコート層形成用組成物を調製した。

ペンタエリスリトールトリアクリレート（PETA：略語）

5.0 g

イルガキュア 184（商品名、チバスペシャリティケミカルズ社製）

0.25 g

50

メチルエチルケトン

2.0 g

【0059】

ハードコートフィルムの作製：

厚み80 $\mu$ mのトリアセテートセルロース（TAC）フィルム上に、上記組成のハードコート層形成用組成物をバーコーティングし、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置（フュージョンUVシステムジャパン（株）製、光源Hバルブ）を用いて、照射線量60mJ/cm<sup>2</sup>で紫外線照射を行い、ハードコート層を硬化させて、膜厚約5 $\mu$ mのハードコート層を有する、基材／ハードコート層からなる積層フィルムを得た。

【0060】

低屈折率層の形成：

前記工程で得られた基材／ハードコート層からなる積層フィルムのハードコート層上に、前記工程で調製した低屈折率層形成用組成物を、#3のミヤバーで塗工した後、40℃で1分間塗膜を乾燥した。次いで、Hバルブを用い窒素ガスの充填下で120MJの紫外線照射で塗膜を硬化させて、基材／ハードコート層／低屈折率層からなる反射防止フィルムを得た。形成された低屈折率層の屈折率は1.37、反射率は1.2%、ヘイズは0.5、膜厚100nmであった。本実施例1の反射防止フィルムの性質を下記の表1に示す。

10

【0061】

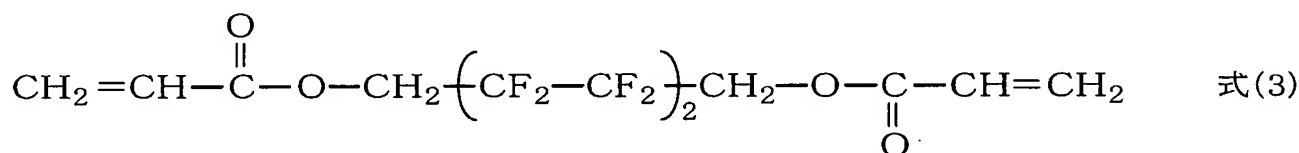
〔比較例1〕

前記実施例1において、低屈折率層形成用組成物中のジアクリレートを下記の式（3）に示す化合物に変更した以外は、全て前記実施例1と同様にして比較例1の塗膜を得た。得られた塗膜の反射率は塗膜自体が白濁し、測定不可能であった。また同じ理由からヘイズも測定不可能であった。

20

【0062】

【化3】



30

【0063】

〔実施例2〕

基材／中屈折率ハードコート層／低屈折率層からなる反射防止フィルム

中屈折率ハードコート層形成用組成物の調製：

下記組成の成分を配合してハードコート層を兼ねる中屈折率層形成用組成物を調製した。

KZ7973（商品名：JSR社製）47 g

ペンタエリスリトールトリアクリレート（PETA：略語）5.0 g

イルガキュア184（商品名、チバスペシャルティケミカルズ社製）1.0 g

シクロヘキサノン 12 g

40

【0064】

基材／中屈折率ハードコート層／低屈折率層からなる反射防止フィルムの作製：

上記組成の中屈折率ハードコート層形成用組成物をTACフィルム上にバーコーティングし、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置（フュージョンUVシステムジャパン（株）製、光源Hバルブ）を用いて、照射線量100mJ/cm<sup>2</sup>で紫外線照射を行い、塗膜を硬化させて、膜厚約5 $\mu$ mの中屈折率ハードコート層を有する、基材／中屈折率ハードコート層からなる積層フィルムを得た。該積層フィルムにおける中屈折率ハードコート層の屈折率は1.63であり、基材のヘイズ値が0.3であるのに対し、基材／中屈折率ハードコート層からなる積層体のヘイズ値は0.3であった。

【0065】

50

次に前記工程で得られた基材／中屈折率ハードコート層からなる積層フィルム上に、前記実施例 1 で調製した低屈折率層形成用組成物をバーコーティングし、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置（フュージョン UV システムジャパン（株）製、光源 H バルブ）を用いて、照射線量  $200 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  で紫外線照射を行い、塗膜を硬化させて、膜厚約  $5 \mu\text{m}$  の低屈折率層を有する、基材／中屈折率ハードコート層／低屈折率層からなる反射防止フィルムを得た。形成された低屈折率層の屈折率は  $1.37\%$ 、膜厚  $100 \text{ nm}$  であった。本実施例 2 における中屈折率ハードコート層上での最低反射率は  $0.68\%$  でヘイズ値は  $0.5$  であった。本実施例 2 の反射防止フィルムの性質を下記の表 1 に示す。

【0066】

10

〔実施例 3〕

基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層／低屈折率層からなる反射防止フィルム

高屈折率層形成用組成物の調製：

下記組成の成分を配合して高屈折率層形成用組成物を調製した。

ルチル型酸化チタン（商品名：MT-500HDM、テイカ社製）	10 g
Disperbyk 163（商品名、ビックケミー・ジャパン社製）	2.0 g
ペンタエリスリトールトリアクリレート（PETA：略語）	5.0 g
イルガキュア 184（商品名、チバスペシャルティケミカルズ社製）	0.2 g
メチルイソブチルケトン	37.3 g

【0067】

20

基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層／低屈折率層からなる反射防止フィルムの作製：

前記実施例 2 で調製した中屈折率ハードコート層形成用組成物を TAC フィルム上にバーコーティングし、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置（フュージョン UV システムジャパン（株）製、光源 H バルブ）を用いて、照射線量  $100 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  で紫外線照射を行い、塗膜を硬化させて、膜厚約  $5 \mu\text{m}$  の中屈折率ハードコート層を有する、基材／中屈折率ハードコート層からなる積層フィルムを得た。

【0068】

前記工程で得られた基材／中屈折率ハードコート層からなる積層フィルム上に、上記工程で調製した高屈折率層形成用組成物を、前記中屈折率ハードコート層の形成と同条件にて塗工し、膜厚約  $80 \text{ nm}$  の高屈折率層が形成された基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層からなる積層フィルムを得た。得られた積層フィルム中の中屈折率ハードコート層の屈折率は  $1.63$ 、反射率は  $0.68\%$ 、高屈折率層の屈折率は  $1.85$  であった。基材のヘイズ値が  $0.3$  であるのに対し、基材／中屈折率ハードコート層からなる積層フィルムのヘイズ値は  $0.3$  であり、基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層からなる積層フィルムのヘイズ値は  $0.3$  であった。本実施例 3 における高屈折率層上で最低反射率は、 $0.77\%$  で、ヘイズ値は  $0.5$  であった。

30

【0069】

前記工程で得られた基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層からなる積層フィルム上に、前記実施例 1 で調製した低屈折率層形成用組成物をバーコーティングし、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置（フュージョン UV システムジャパン（株）製、光源 H バルブ）を用いて、照射線量  $200 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  で紫外線照射を行い、塗膜を硬化させて、基材／中屈折率ハードコート層／高屈折率層／低屈折率層からなる反射防止フィルムを得た。低屈折率層の屈折率は  $1.37$ 、膜厚は  $100 \text{ nm}$  であった。本実施例 3 の反射防止フィルムの性質を下記の表 1 に示す。

40

【0070】

〔比較例 2〕

水素結合形成基を有しないバインダー成分の硬化物を含む低屈折率層が形成された反射防止フィルム

下記組成の成分を配合して水素結合形成基を有しない低屈折率層形成用組成物を調製し

50

た。

前記式(2)に示すジアクリレート

0.25 g

ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート(DPHA:略語、注:水素結合形成基を有しない)

0.25 g

イルガキュア184(商品名:チバスペシャリティケミカルズ社製)

0.01 g

イルガキュア907(商品名:チバスペシャリティケミカルズ社製)

0.03 g

メチルイソブチルケトン

9.46 g

【0071】

前記工程で得られた低屈折率層形成用組成物を用いた以外は前記実施例1と同じ条件にて、基材/ハードコート層/低屈折率層からなる反射防止フィルムを製造した。得られた反射防止フィルムは、水素結合形成基を持たないため、低屈折率層の膜面には塗工斑を生じ、前記実施例1に比べて耐スチールウール性が100g未満と低下した。低屈折率層の屈折率は1.37、膜厚は100nmであった。本比較例2の反射防止フィルムの性質を下記の表1に示す。

10

【0072】

[実施例4]

微粒子を含む低屈折率層を形成した反射防止フィルム

中空シリカゾル(平均粒子径30nm)を含む低屈折率層形成用組成物の調製:

下記組成の成分を配合して中空シリカゾル(平均粒子径30nm)を含む低屈折率層形成用組成物を調製した。

20

中空シリカゾル(触媒化成工業社製OSCAL(商品名、微粒子の屈折率1.30);メチルイソブチルケトン20質量%分散液)

1.25 g

前記式(2)に示すジアクリレート

0.25 g

ペンタエリスリトールトリアクリレート(PETA:略語)

0.25 g

イルガキュア184(商品名:チバスペシャリティケミカルズ社製)

0.01 g

イルガキュア907(商品名:チバスペシャリティケミカルズ社製)

0.03 g

メチルイソブチルケトン

8.46 g

【0073】

低屈折率層の形成:

前記実施例1において製造した基材/ハードコート層からなる積層フィルム上に、前記工程で調製した中空シリカゾルを含む低屈折率層形成用組成物を、バーコーターで塗工し、乾燥させることにより溶剤を除去した後、紫外線照射装置(フュージョンUVシステムジャパン(株)製、光源Hバルブ)を用いて、照射線量200mJ/cm<sup>2</sup>で紫外線照射を行い、塗膜を硬化させて、基材/ハードコート層/低屈折率層からなる反射防止フィルムを得た。形成された低屈折率層の屈折率は1.33、最低反射率は0.47%、膜厚は100nm、ヘイズ値は0.6であった。本実施例4の反射防止フィルムの性質を下記の表1に示す。

30

【0074】



【表 1】

	塗工面(目視)	屈折率	ヘイズ	耐スチールウール
実施例1	均一	1.37	0.5	400g
実施例2	均一	1.37	0.5	400g
実施例3	均一	1.37	0.5	400g
実施例4	均一	1.33	0.6	300g
比較例2	ハジキあり	1.37	0.5	>100g

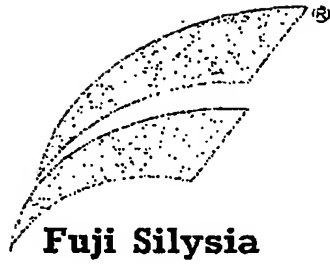
10

## 【産業上の利用可能性】

## 【0075】

本発明の反射防止積層体は、低屈折率層形成用組成物に添加するモノマーはバインダー樹脂や溶剤に対して不相溶にならずに、したがって、不相溶が原因で発生する外観を損ねるようなハジキの発生や、不相溶な部分が固まって生ずる膜強度の劣化を防止し得るため、液晶ディスプレイやプラズマディスプレイ、レンズ等の光学物品の表面に貼付される反射防止フィルム等の反射防止積層体として有用である。

20



# SYLYSIA®



塗料・インキ・プラスチック・情報記録紙・薬品・化粧品

富士シリシア化学株式会社



### グレードと平均粒子径、細孔容積及び細孔径の関係

## SYLYSIA の代表分析値

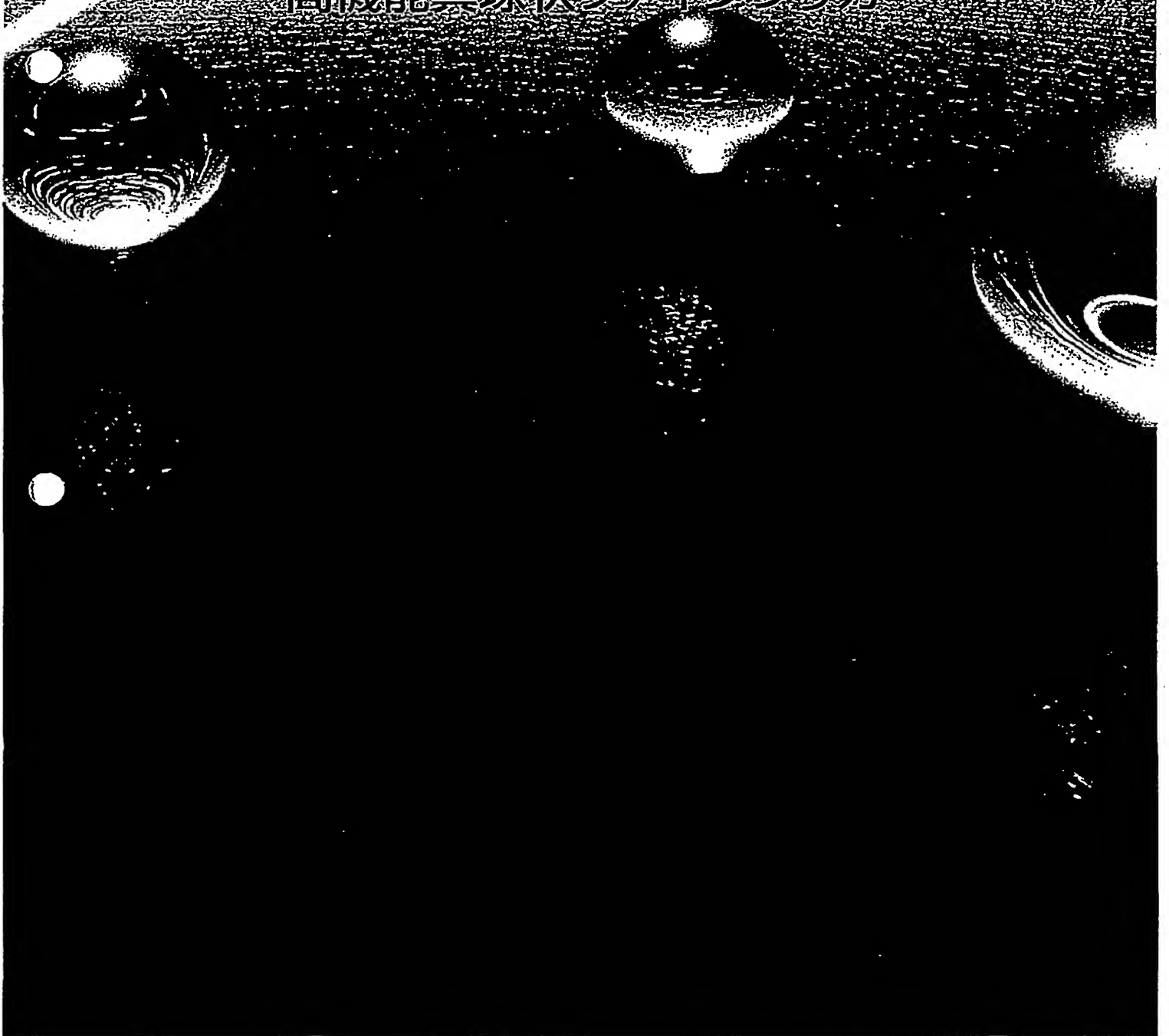
項目 グレード	比重 [25℃] (g/cm <sup>3</sup> )	比重 [25℃] (g/cm <sup>3</sup> )	熱安定性 [950℃ 2 hrs] (%)	pH [5% メタノール] (—)	比重 [25℃] (g/cm <sup>3</sup> )	比表面積 [BET法] (m <sup>2</sup> /g)	吸油量 [25℃ 100-120分] (ml/100g)	沈降容積 [静置法] (ml/50ml)	表面処理
250	5.7	5.0	3.0	92	300	310	60	—	
250 N	5.7	5.0	7.0	92	300	310	60	—	
256	5.7	13.5	3.0	92	—	—	60	有機物	
256 N	5.7	13.5	7.0	92	—	—	60	有機物	
310 P	2.7	5.0	7.5	96	300	310	110	—	
320	3.2	5.0	7.5	96	300	310	100	—	
350	3.9	5.0	7.5	96	300	310	90	—	
370	6.4	5.0	7.5	96	300	300	55	—	
380	9.0	5.0	7.5	96	300	280	37	—	
420	3.1	5.0	7.5	95	300	220	60	—	
430	4.1	5.0	7.5	95	300	220	55	—	
440	6.2	5.0	7.5	95	300	210	50	—	
450	8.0	5.0	7.5	95	300	200	47	—	
470	14.1	5.0	7.5	95	300	180	30	—	
435	4.1	4.5	2.5	98	—	220	55	無機物	
445	6.2	4.5	2.5	98	—	210	50	無機物	
436	4.1	13.5	7.5	98	—	—	45	有機物	
446	6.2	13.5	7.5	98	—	—	43	有機物	
456	8.0	13.5	7.5	98	—	—	40	有機物	
476	14.1	13.5	7.5	98	—	—	30	有機物	
530	2.7	7.0	7.0	92	500	170	35	—	
550	3.9	7.0	7.0	92	500	160	30	—	
710	2.8	11.0	4.0	95	700	100	20	—	
730	4.0	11.0	4.0	95	700	95	17	—	
740	5.0	11.0	4.0	95	700	95	15	—	
770	6.7	11.0	4.0	95	700	95	13	—	
780	11.3	11.0	4.0	95	700	90	13	—	

**AGSI**  
Asahi Glass SI-Tech

**サンスフェア**

**SUNSPHERE®**

高機能真球状ファインシリカ



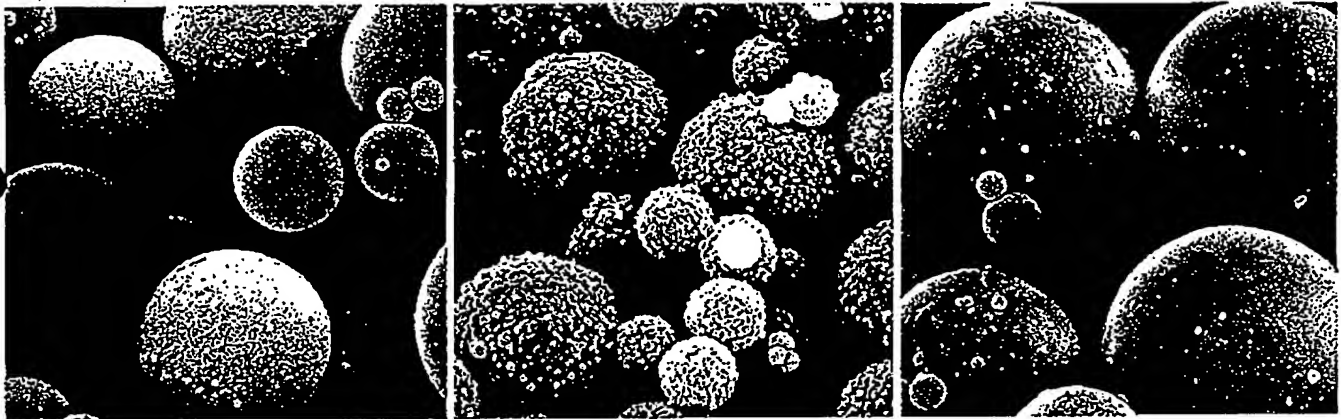
# 高機能性真球状ファインシリカ **サンスフェア®**

平均粒子径3~20 $\mu\text{m}$ 、吸油量30~400ml/100gの各種グレードを揃えております。

サンスフェアは球状粒子で凝集がありません。また樹脂に配合した時に不定形粒子を配合した場合と比較して表面の平滑性が向上します。

樹脂用フィラー、塗料用途他各種物性改善（表面平滑性、流動性向上、ブロッキング防止、水分吸着剤）

電子顕微鏡写真



H-31

H-32

NP-30

多様な用途に対応できる製品群

## 多孔質Hシリーズ

	H-31	H-51	H-121	H-201	H-32	H-52	H-122	H-33	H-53
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	3	5	12	20	3	5	12	3	5
比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	800	800	800	800	700	700	700	700	700
細孔容積 ( $\text{ml/g}$ )	1	1	1	1	2	2	2	2 <sup>*</sup>	2 <sup>*</sup>
細孔径 ( $\text{\AA}$ )	50	50	50	50	250	250	250	300	300
吸油量 ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	150	150	150	150	300	300	300	400	400

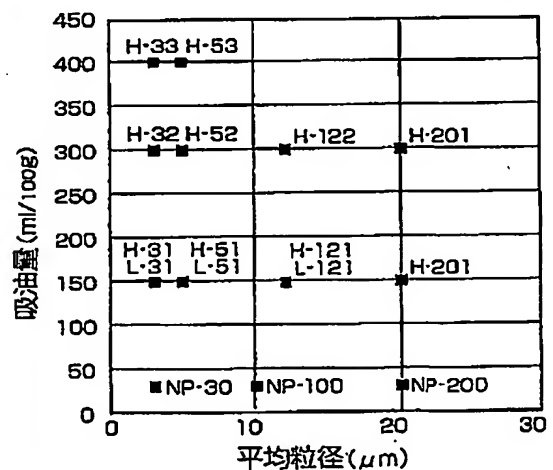
\*1:参考値

## 多孔質Lシリーズ

	L-31	L-51	L-121
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	3	5	12
比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	300	300	300
細孔容積 ( $\text{ml/g}$ )	1	1	1
細孔径 ( $\text{\AA}$ )	130	130	130
吸油量 ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	150	150	150

## 無孔質NPシリーズ

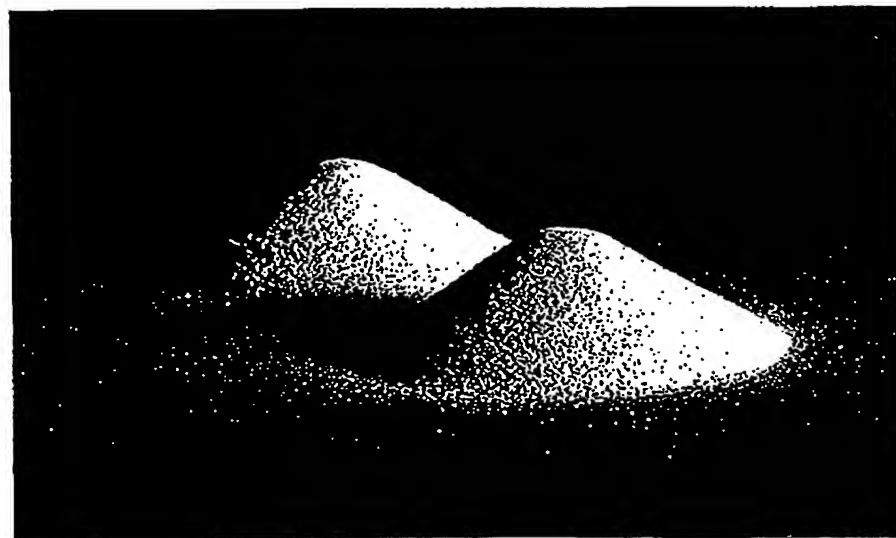
	NP-30	NP-100	NP-200
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	4	10	20
比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	40	50	100
細孔容積 ( $\text{ml/g}$ )	0.05	0.1	0.1
細孔径 ( $\text{\AA}$ )	-	-	-
吸油量 ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	30	35	40



特殊ケイ酸カルシウム  
FLORITE®-RE

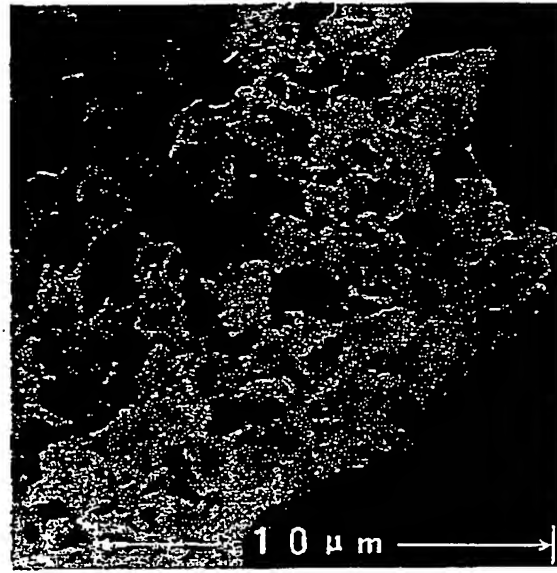
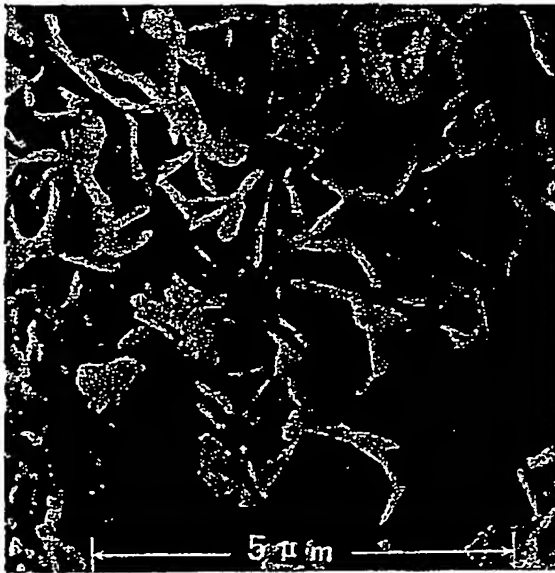
フローライト®RE

Microporous Carrier



## フローライト®REの物性

フローライトREの結晶構造は走査型電子顕微鏡写真に、  
また物性値例は下表およびグラフに夫々示しました。



### フローライトREの物性値例

項 目	測定値	備 考
平均粒子径 [μm]	26.1	コールターマルチサイザー
平均細孔径 [μm]	0.15	水銀ポロシメーター
比表面積 [m <sup>2</sup> /g]	120	窒素吸着法 (BET式)
見掛け比容 [cc/g]	10.0	JIS K-6220
真比重 [—]	2.52	空気比較式ピクノメータ
pH [—]	9.2	pHメータ
吸油量 [ml/g]	5.0	JIS K-6220
乾燥減量 [%]	7.1	110°C、1時間
白色度 [%]	97	光電白度計



[Contact](#)
[Print](#)

[Search](#)
[Sitemap](#)
[Login](#)
[en](#)
[de](#)
[ja](#)
[zh](#)

[→ エボニック Degussa](#)
[→ AEROSIL®](#)
[→ 製品情報](#)
[→ 製品グループ](#)
[→ 親水性フュームドシリカ](#)

[AEROSIL® Home](#)

[製品情報](#)

[応用分野](#)

[サービスセンター](#)

[製品取扱い](#)

[環境・衛生・安全](#)



[Login / Register](#)

[Login](#)

not yet registered?

[製品情報](#)

[製品検索](#)

[製品グループ](#)

[親水性フュームドシリカ](#)

[疎水性フュームドシリカ](#)

[フュームド混合酸化物](#)

[親水性フュームド金属酸化物](#)

[特殊な疎水性シリカと疎水性金属酸化物](#)

[Granulated Products](#)

[分散液](#)

[New Business Development](#)

[効果](#)

[無料サンプルのご注文](#)

[応用分野](#)

[サービスセンター](#)

[製品取扱い](#)

[環境・衛生・安全](#)

[会社情報](#)

[お問い合わせ](#)



## 親水性フュームドシリカ

AEROSIL® grades	BET Surface Area [m <sup>2</sup> /g]	Loss on Drying [wt. %]	pH
AEROSIL® 90	90 ± 15	≤ 1.0	3.7 - 4.7
AEROSIL® 130	130 ± 25	≤ 1.5	3.7 - 4.7
AEROSIL® 150	150 ± 15	(≤ 0.5)*	3.7 - 4.7
AEROSIL® 200	200 ± 25	≤ 1.5	3.7 - 4.7
<b>AEROSIL® 300</b>	<b>300 ± 30</b>	≤ 1.5	3.7 - 4.7
AEROSIL® 380	380 ± 30	≤ 2.0	3.7 - 4.7
AEROSIL® OX 50	50 ± 15	≤ 1.5	3.8 - 4.8
AEROSIL® EG 50	50 ± 15	≤ 1.0	3.8 - 4.8
AEROSIL® TT 600	200 ± 50	≤ 2.5	3.6 - 4.5

このデータには拘束力はありません。どのパラメータも、必要であれば独自に指定してください。

\*シュリンク・パッケージ製品のみ

⇒ 製品情報および安全性データシート(MSDS)は、ソリューションファインダーからPDF形式で表示またはダウンロード可能です。親水性アエロジル製品は、これまでポリエステルおよびシリコン、塗料、コーティング剤の分野で使用されてきた産業での利用も増えています。電子機器や光ファイバの分野では、フュームドシリカのナノサイズ粒子と純度たします。

親水性アエロジル製品のもう一つの特徴はX線アモルファス構造です。市場や応用分野に応じて、BET比表面積粒子サイズの製品を使用できます。一部の製品には、コンパクト版(VおよびVV製品)や医薬品グレードがある

プラス効果:

- 加工中の最適なレオロジーコントロール
- シリコンエラストマーの補強
- 非極性液体の増粘
- 粉末食品や工業用粉末の流動性の向上
- 高い化学的純度の実現
- 高温下でも優れた断熱性の確保
- 液体から粉体への転化(医薬品や化粧品など)

[← Back to Productgroups Main Page](#)

[■ インプリント](#)
[■ 著作権](#)
[■ プライバシーポリシー](#)
[■ 免責事項](#)
[■ 利用条件](#)

デグサはエボニックに生まれ変わりました。

新しいクリエイティブな産業グループに関する詳細はこちらをご覧ください。

[www.evonik.com](http://www.evonik.com)

# Partial English translation

## Catalog for Sylysia

Grade	Specific surface area (m <sup>2</sup> /g) [Simplified BET method]
Sylysia 740	700
Sylysia 350	300
Sylysia 250	300

## Catalog for Sunspere H-51

	H-51
Specific surface area (m <sup>2</sup> /g)	800

## Catalog for Florite RE

		Remarks
Specific surface area (m <sup>2</sup> /g)	120	Nitrogen adsorption method (BET method)

## Catalog for AEROSIL

	Aerosil 300
Specific surface area (m <sup>2</sup> /g) (BET)	300 ± 30



Reference 7

[Nalco North America Home](#) » [Expertise](#) » [Applications](#) » [Process](#) » [Colloidal Silica](#) » [Beverage Fining](#)



#### Innovations

- Beverage Fining



## Processing Aids for Beer, Wine and Juice Production

Nalco offers a line of specialized colloidal silica products to help wines and juices taste better, look better and last longer on the shelf.

Nalco offers two colloidal silica processing aids, 1071 and 1072, which are distributed by Gusmer Enterprises, providing many benefits:

- Improved clarity due to maximum removal of undesirable haze constituents
- Removal of protein/tannin components
- Improved color stability
- Enhanced wine and juice quality
- Increased wine/juice recovery due to more compact lees
- Longer shelf life

For more information click [here](#) to read our brochure.

For additional information or assistance please contact the Colloidal Technology Group directly at [colloidalparticles@nalco.com](mailto:colloidalparticles@nalco.com) ,

COPYRIGHT © 2010 NALCO COMPANY. ALL RIGHTS RESERVED.



[Nalco North America Home](#) » [Expertise](#) » [Applications](#) » [Process](#) » [Colloidal Silica](#) » Catalyst Materials



#### Innovations

- Catalyst Materials

## Catalyst Materials

Nalco offers a number of innovative raw material solutions for the catalyst formulator. Our raw materials have numerous benefits and can effectively meet your needs in the following applications:

#### Colloidal Silica Binders for Spraydried and Extruded Catalysts

- Improved catalyst strength, attrition resistance, and surface area; Nalco offers a broad range of particle sizes, size distributions, and concentrations.
- Engineered approach to reducing metal contaminants; Ultra high purity levels are available.

We also understand the technical requirements for catalyst formulators, and we encourage strong research-to-research collaboration with our customers.

#### Silica Based Zeolite Nutrients

Nalco's expertise in designing novel nanoparticles provides the formulator with new options to improve manufacturing efficiency and final catalyst performance, including the following benefits:

- Nanoparticle silica promotes more efficient zeolite formation
- Atomic level mixtures of silica and alumina promote efficient crystallization of zeolites
- Ultra high purity levels are available to reduce crystal defects
- Strong research-to-research collaboration

Additionally, emerging nanoparticle solutions with Nanozeolite applications are currently being offered by Nalco, where high surface area and activity can be further leveraged.

If you are interested in further information about any of these innovative nanoparticle applications, please contact the Nalco Colloidal Technologies Group directly at [colloidalparticles@nalco.com](mailto:colloidalparticles@nalco.com).



[Nalco North America Home](#) » [Expertise](#) » [Applications](#) » [Process](#) » [Colloidal Silica](#) » Investment Casting Shell Systems



#### Innovations

- Investment Casting Shell Systems



## Investment Casting Shell Systems

Nalco offers innovative shell systems and on-site service to help maximize the profitability for your investment casting foundry. Nalco's investment casting product line includes:

- Engineered Shell Systems: Faster Dry times, Fewer Dips, Less shell cracking, Improved casting surface finish, Optimized Total Cost of Operation
- Locally manufactured binders are optimized for the needs of local foundries
- High performance environmentally friendly Wax Cleaners.
- Other process aids including: wetting agents, antifoams and biocides
- Distributor for Minco Min-Sil® Fused Silica refractories

In addition to this extensive product list, Nalco can provide service and support to improve your shell room operation. These capabilities include:

- On-site consulting and Continuous Process Improvement
- Process Control optimization

For additional information or assistance please contact the Colloidal Technology Group directly at [colloidalparticles@nalco.com](mailto:colloidalparticles@nalco.com).

COPYRIGHT © 2010 NALCO COMPANY. ALL RIGHTS RESERVED.



[Nalco North America Home](#) » [Expertise](#) » [Applications](#) » [Process](#) » [Colloidal Silica](#) » Nano Particles for Polishing



#### Innovations

- Nano Particles for Polishing



## Nano Particles for Polishing

Nalco has aligned their colloidal silica manufacturing capabilities to deliver high purity innovative nanoparticles to meet the needs of the CMP slurry formulator. Our capabilities include:

- Ultra-high purity waterglass based nanoparticles
- Broad range of particle sizes, size distributions, and concentrations
- Engineered products designed to be stable across a broad pH range
- Strong research-to-research collaboration

#### Ready to use Polishing Slurries for Silicon Wafer Polish

Nalco manufactures colloidal silica-based polishing slurries that are widely used for the stock polish, edge polish and final polish steps in the manufacture of silicon wafers and other semiconductor substrates for microchips. These slurries are also used in the precision surface finishing of optics, watch crystals and other glass components.

Customers with interest in our innovative nanoparticles, please contact the Nalco Colloidal Technologies Group directly at [colloidalparticles@nalco.com](mailto:colloidalparticles@nalco.com) for assistance.



[Nalco North America Home](#) » [Expertise](#) » [Applications](#) » [Process](#) » [Colloidal Silica](#) » [Refractory Binders](#)



#### Innovations

- [Refractory Binders](#)



## Refractory Binders

Nalco has the experience, resources, and innovative technologies combined to help manufactures of refractory shape and monolithics.

- Improve product quality, strength, and consistency
- Improve productivity and throughput
- Improve process water recyclability

We provide specialty colloidal silicas, polymers and biocides to optimize vacuum forming systems. Our colloidal silica is manufactured regionally in Suzhou, China using the same standardized processes and specifications as our plants in other regions of the world. Our program approach includes:

- Specialty chemicals
- In-plant/on-site problem solving assistance

For additional information or assistance please contact the Colloidal Technologies Group directly at [colloidalparticles@nalco.com](mailto:colloidalparticles@nalco.com).

COPYRIGHT © 2010 NALCO COMPANY. ALL RIGHTS RESERVED.